

10/523417

DT05 Rec'd PCT/PTO 03 FEB 2005

DOCKET NO.: 264738US0PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Rainer BLUM, et al.
SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION
FILED: HERewith
INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/EP03/08037
INTERNATIONAL FILING DATE: July 23, 2003
FOR: PRODUCTION OF PAPER, BOARD AND CARDBOARD

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Commissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313

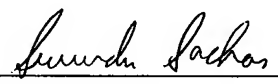
Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Germany	102 36 252.1	07 August 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/EP03/08037. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon
Attorney of Record
Registration No. 24,618
Surinder Sachar
Registration No. 34,423

Customer Number
22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

BEST AVAILABLE COPY

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION CONCERNING
SUBMISSION OR TRANSMITTAL
OF PRIORITY DOCUMENT

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

BASF AKTIENGESELLSCHAFT
67056 LUDWIGSHAFEN
Germany

Date of mailing (day/month/year) 03 September 2003 (03.09.03)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference 0000053819	
International application No. PCT/EP03/08037 ✓	
International filing date (day/month/year) 23 July 2003 (23.07.03) ✓	
International publication date (day/month/year) Not yet published	Priority date (day/month/year) 07 August 2002 (07.08.02) ✓
Applicant BASF AKTIENGESELLSCHAFT et al	

1. The applicant is hereby notified of the date of receipt (except where the letters "NR" appear in the right-hand column) by the International Bureau of the priority document(s) relating to the earlier application(s) indicated below. Unless otherwise indicated by an asterisk appearing next to a date of receipt, or by the letters "NR", in the right-hand column, the priority document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).
2. This updates and replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents.
3. An asterisk(*) appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b). In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.
4. The letters "NR" appearing in the right-hand column denote a priority document which was not received by the International Bureau or which the applicant did not request the receiving Office to prepare and transmit to the International Bureau, as provided by Rule 17.1(a) or (b), respectively. In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

<u>Priority date</u>	<u>Priority application No.</u>	<u>Country or regional Office or PCT receiving Office</u>	<u>Date of receipt of priority document</u>
07 Augu 2002 (07.08.02) ✓	102 36 252.1 ✓	DE	25 Augu 2003 (25.08.03) ✓

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No. (41-22) 338.89.70	Authorized officer Javier CALDERON (Fax 338 8970) Telephone No. (41-22) 338 8567
--	--



REC'D 25 AUG 2003

WIPO

PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

Aktenzeichen:

102 36 252.1

Anmeldetag:

07. August 2002

Anmelder/Inhaber:

BASF AG, Ludwigshafen/DE

Bezeichnung:

Verfahren zur Herstellung von Papier,
Pappe und Karton

IPC:

D 21 H 21/10

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 21. Mai 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Wallner

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton durch Scheren des Papierstoffs, Zugabe eines Mikropartikelsystems aus einem kationischen Polymeren und einer feinteiligen anorganischen Komponente zum Papierstoff nach der letzten Scherstufe vor dem Stoffauflauf, Entwässern des Papierstoffs unter Blattbildung und Trocknen der Blätter, dadurch gekennzeichnet, daß man als kationische Polymere des Mikropartikelsystems kationische Polyacrylamide, Vinylamineinheiten enthaltende Polymere und/oder Polydiallyldimethylammoniumchlorid mit einer mittleren Molmasse M_w von jeweils mindestens 500 000 Dalton und einer Ladungsdichte von jeweils höchstens 4,0 meq./g einsetzt, wobei das als Retentionsmittel eingesetzte Mikropartikelsystem frei von Polymeren mit einer Ladungsdichte von mehr als 4 meq./g ist.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als kationische Polymere des Mikropartikelsystems kationische Polyacrylamide mit einer mittleren Molmasse M_w von mindestens 5 Millionen Dalton und einer Ladungsdichte von 0,1 bis 3,5 meq./g einsetzt.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als kationische Polymere des Mikropartikelsystems Polyvinylamine einsetzt, die durch Hydrolyse von Vinylformamideinheiten enthaltenden Polymeren erhältlich sind, wobei der Hydrolysegrad der Vinylformamideinheiten 20 bis 100 mol-% und die mittlere Molmasse der Polyvinylamine mindestens 2 Millionen Dalton beträgt.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das kationische Polymer des Mikropartikelsystems dem Papierstoff in einer Menge von 0,005 bis 0,5 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff, zugesetzt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das kationische Polymer des Mikropartikelsystems dem Papierstoff in einer Menge von 0,01 bis 0,2 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff zugesetzt wird.

2

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man als anorganische Komponente des Mikropartikelsystems mindestens einen Bentonit, kolloidale Kieselsäure, Silikate und/oder Calciumcarbonat einsetzt.
- 5
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die anorganische Komponente des Mikropartikelsystems dem Papierstoff in einer Menge von 0,01 bis 1,0 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff, zugesetzt wird.
- 10
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die anorganische Komponente des Mikropartikelsystems dem Papierstoff in einer Menge von 0,1 bis 0,5 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff zugesetzt wird.
- 15
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man zuerst das kationische Polymer und danach die anorganische Komponente des Mikropartikelsystems zum Papierstoff dosiert.
- 20

25

30

35

40

45

Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton

Beschreibung

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton durch Scheren des Papierstoffs, Zugabe eines Mikropartikelsystems aus einem kationischen Polymeren und einer feinteiligen anorganischen Komponente zum Papierstoff nach der letzten Scherstufe vor dem Stoffauflauf, Entwässern des Papierstoffs unter Blattbildung und Trocknen der Blätter.

Die Verwendung von Kombinationen aus nichtionischen oder anionischen Polymeren und Bentonit als Retentionsmittel bei der Herstellung von Papier ist beispielsweise aus der US-A-3,052,595 und der EP-A-0 017 353 bekannt.

Aus der EP-A-0 223 223 ist ein Verfahren zur Herstellung von Papier und Karton durch Entwässerung eines Papierstoffs bekannt, wobei man zu einem Papierstoff mit einer Stoffkonzentration von 2,5 bis 5 Gew.-% zuerst Bentonit zusetzt, danach den Papierstoff verdünnt, ein hochkationisches Polymer mit einer Ladungsdichte von mind. 4 meq/g zusetzt und schließlich ein hochmolekulares Polymer auf Basis Acrylamid zusetzt und die so erhaltene Pulpe nach der Durchmischung entwässert.

Nach dem aus der EP-A-0 235 893 bekannten Verfahren zur Herstellung von Papier dosiert man zu einer wäßrigen Faserstoffsuspension zunächst ein im wesentlichen lineares synthetisches kationisches Polymer mit einer Molmasse von mehr als 500 000 in einer Menge von mehr als 0,03 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff, unterwirft die Mischung dann der Einwirkung eines Scherfeldes, wobei die zunächst entstandenen Flocken in Mikrofloccen zerteilt werden, die eine kationische Ladung tragen, dosiert dann Bentonit und entwässert die so erhaltene Pulpe ohne weitere Einwirkung von Scherkräften.

EP-A-0 335 575 beschreibt ein Papierherstellverfahren, bei der die Pulpe nacheinander mit 2 verschiedenen wasserlöslichen, kationischen Polymeren versetzt, anschließend mindestens einer Scherstufe unterworfen und danach durch Zugabe von Bentonit geflockt wird.

In der EP-A-0 885 328 wird ein Verfahren zur Herstellung von Papier beschrieben, wobei man zu einer wäßrigen Faserstoffsuspension zunächst ein kationisches Polymer dosiert, die Mischung dann der Einwirkung eines Scherfeldes unterwirft, an-

2

schließlich eine aktivierte Bentonitdispersion zugibt und die so erhaltene Pulpe entwässert.

Aus der EP-A 0 711 371 ist ein weiteres Verfahren zur Herstellung von Papier bekannt. Bei diesem Verfahren wird ein synthetisches, kationisches, hochmolekulares Polymer zu einer Dickstoff-Cellulose-Suspension gegeben. Nach dem Verdünnen des flockulierten Dickstoffs wird vor dem Entwässern ein Koagulationsmittel, das aus einem anorganischen Koagulationsmittel und/oder einem zweiten, niedermolekularen und hochkationischen wasserlöslichen Polymer besteht, zugegeben.

In der EP-A-0 910 701 wird ein Verfahren zur Herstellung von Papier und Karton beschrieben, wobei man zur Papierpulpe nacheinander ein niedrigmolekulares oder mittelmolekulares kationisches Polymer auf Basis Polyethylenimin oder Polyvinylamin und anschließend mit ein hochmolekulares kationisches Polymer wie Polyacrylamid, Polyvinylamin oder kationische Stärke zusetzt. Nachdem diese Pulpe mindestens einer Scherstufe unterworfen wurde, wird sie durch Zugabe von Bentonit geflockt und der Papierstoff entwässert.

Aus der EP-A-0 608 986 ist bekannt, daß man bei der Papierherstellung ein kationisches Retentionsmittel zum Dickstoff dosiert. Ein weiteres Verfahren zur Herstellung von Papier und Karton ist aus der US-A-5,393,381, der WO-A-99/66130 und der WO-A-99/63159 bekannt, wobei man ebenfalls ein Mikropartikelsystem aus einem kationischen Polymer und Bentonit verwendet. Als kationisches Polymer wird ein wasserlösliches, verzweigtes Polyacrylamid eingesetzt.

In der WO-A-01/34910 wird ein Verfahren zur Herstellung von Papier beschrieben, bei dem zu der Papierstoffsuspension ein Polysaccharid oder ein synthetisches, hochmolekulares Polymer dosiert wird. Anschließend muß eine mechanische Scherung des Papierstoffs erfolgen. Die Reflockulation erfolgt durch Dosage einer anorganischen Komponente wie Kieselsäure, Bentonit oder Clay und eines wasserlöslichen Polymers.

Aus der US-A-6,103,065 ist ein Verfahren zur Verbesserung der Retention und der Entwässerung von Papierstoffen bekannt, wobei man zu einem Papierstoff nach dem letzten Scheren ein kationisches Polymer mit einer Molmasse von 100 000 bis 2 Millionen und einer Ladungsdichte von mehr als 4,0 meq./g zusetzt, gleichzeitig oder danach ein Polymer mit einer Molmasse von mindestens 2 Millionen und einer Ladungsdichte von weniger als 4,0 meq./g zugibt und danach Bentonit dosiert. Es ist bei diesem Verfahren nicht erforder-

3

derlich, den Papierstoff nach der Zugabe der Polymeren einer Scherung zu unterwerfen. Nach Zugabe der Polymeren und des Bentonits kann die Pulpe ohne weitere Einwirkung von Scherkräften unter Blattbildung entwässert werden.

5

Bei den bekannten Papierherstellverfahren, bei denen man ein Mikropartikelsystem als Retentionsmittel verwendet, benötigt man größere Mengen an Polymer und Bentonit. Diejenigen Verfahren, die zwingend die Mitverwendung von kationischen Polymeren mit einer Ladungsdichte von mehr als 4,0 erfordern, ergeben Papiere, die zur Vergilbung neigen.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein weiteres Verfahren zur Herstellung von Papier unter Verwendung eines Mikropartikelsystems zur Verfügung zu stellen, wobei man im Vergleich zu den bekannten Verfahren geringere Einsatzmengen an Polymeren und Bentonit benötigt, gleichzeitig eine verbesserte Retention und Entwässerung erzielt und Papiere erhält, die weniger zum Vergilben neigen.

20

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst mit einem Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton durch Scheren des Papierstoffs, Zugabe eines Mikropartikelsystems aus einem kationischen Polymeren und einer feinteiligen anorganischen Komponente zum Papierstoff nach der letzten Scherstufe vor dem Stoffauflauf, Entwässern des Papierstoffs unter Blattbildung und Trocknen der Blätter, wenn man als kationische Polymere des Mikropartikelsystems kationische Polyacrylamide, Vinylamineinheiten enthaltende Polymere und/oder Polydiallyldimethylammoniumchlorid mit einer mittleren Molmasse M_w von jeweils mindestens 500 000 Dalton und einer Ladungsdichte von jeweils höchstens 4,0 meq./g einsetzt, wobei das als Retentionsmittel eingesetzte Mikropartikelsystem frei von Polymeren mit einer Ladungsdichte von mehr als 4 meq./g ist.

35

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren können sämtliche Papierqualitäten hergestellt werden, z.B. Karton, ein-/mehrlagiger Faltschachtelkarton, ein-/mehrlagiger Liner, Wellenstoff, Papiere für den Zeitungsdruck, sogenannte mittelfeine Schreib- und Druckpapiere, Naturtiefdruckpapiere und leichtgewichtige Streichrohpa-piere. Um solche Papiere herzustellen, kann man beispielsweise von Holzschliff, thermomechanischem Stoff (TMP), chemo-thermomechanischem Stoff (CTMP), Druckschliff (PGW), Holzstoff sowie Sulfit- und Sulfatzellstoff ausgehen. Die Zellstoffe können so-
wohl kurzfasernig als auch langfasernig sein. Vorzugsweise werden

nach dem erfindungsgemäßen Verfahren holzfreie Qualitäten hergestellt, die hochweiße Papierprodukte ergeben.

- Die Papiere können gegebenenfalls bis zu 40 Gew.-%, meistens 5 bis 35 Gew.-% Füllstoffe enthalten. Geeignete Füllstoffe sind z.B. Titandioxid, natürliche und präzipitierte Kreide, Talkum, Kaolin, Satinweiß, Calciumsulfat, Bariumsulfat, Clay oder Aluminiumoxid.
- 10 Das Mikropartikelsystem besteht erfindungsgemäß aus einem kationischen Polymeren und einer feinteiligen anionischen Komponente. Als kationische Polymere kommen kationische Polyacrylamide, Vinylamineinheiten enthaltende Polymere, Polydiallyldimethylammoniumchloride oder deren Mischungen mit einer mittleren
- 15 Molmasse Mw von jeweils mindestens 500 000 Dalton und einer Ladungsdichte von jeweils höchstens 4,0 meq./g in Betracht. Besonders bevorzugt werden kationische Polyacrylamide mit einer mittleren Molmasse Mw von mindestens 5 Millionen Dalton und einer Ladungsdichte von 0,1 bis 3,5 meq./g und Polyvinylamine, die
- 20 durch Hydrolyse von Vinylformamideinheiten enthaltenden Polymeren erhältlich sind, wobei der Hydrolysegrad der Vinylformamideinheiten 20 bis 100 mol-% und die mittlere Molmasse der Polyvinylamine mindestens 2 Millionen Dalton beträgt. Die Polyvinylamine werden bevorzugt durch Hydrolyse von Homopolymeren des Vinylform-
- 25 amids hergestellt, wobei der Hydrolysegrad beispielsweise 70 bis 95% beträgt.

- Kationische Polyacrylamide sind beispielsweise Copolymerisate, die durch Copolymerisieren von Acrylamid und mindestens einem
- 30 Di-C1-bisC2-alkylamino-C2-bisC4-alkyl(meth)acrylat oder einem basischen Acrylamid in Form der freien Basen, der Salze mit organischen oder anorganischen Säuren oder der mit Alkylhalogeniden quaternierten Verbindungen erhältlich sind. Beispiele für solche Verbindungen sind Dimethylaminoethylmethacrylat, Diethylamino-
- 35 ethylmethacrylat, Dimethylaminoethylacrylat, Diethylaminoethylacrylat, Dimethylaminopropylmethacrylat, Dimethylaminopropylacrylat, Diethylaminopropylmethacrylat, Diethylaminopropylacrylat und/oder Dimethylaminoethylacrylamid. Weitere Beispiele für kationische Polyacrylamide und Vinylamineinheiten enthaltende Poly-
- 40 merisate können den zum Stand der Technik genannten Literaturstellen wie EP-A-0 910 701 und US-A-6,103,065 entnommen werden. Man kann sowohl lineare als auch verzweigte Polyacrylamide verwenden. Solche Polymere sind handelsübliche Produkte. Verzweigte Polymere, die z.B. durch Copolymerisation von Acrylamid oder
- 45 Methacrylamid mit mindestens einem kationischen Monomer in Gegenwart geringer Mengen an Vernetzern herstellbar sind, werden beispielsweise in den zum Stand der Technik angegebenen

5

Literaturstellen US-A-5,393,381, WO-A-99/66130 und WO-A-99/63159 beschrieben.

Weitere geeignete kationische Polymere sind Polydiallyldimethyl-
5 ammoniumchloride (PolyDADMAC) mit einer mittleren Molmasse von mindestens 500 000 Dalton, vorzugsweise mindestens 1 Million Dalton. Polymere dieser Art sind Handelsprodukte.

Die kationischen Polymeren des Mikropartikelsystems werden dem
10 Papierstoff in einer Menge von 0,005 bis 0,5 Gew.-%, vorzugsweise in einer Menge von 0,01 bis 0,2 Gew.-% zugesetzt.

Als anorganische Komponente des Mikropartikelsystems kommen
beispielsweise Bentonit, kolloidale Kieselsäure, Silikate und/
15 oder Calciumcarbonat in Betracht. Unter kolloidaler Kieselsäure sollen Produkte verstanden werden, die auf Silikaten basieren, z.B. Silica-Microgel, Silical-Sol, Polysilikate, Aluminiumsilikate, Borsilikate, Polyborsilikate, Clay oder Zeolithe. Calciumcarbonat kann beispielsweise in Form von Kreide, gemahl-
20 nem Calciumcarbonat oder präzipitiertem Calciumcarbonat als anorganische Komponente des Mikropartikelsystems verwendet werden. Unter Bentonit werden allgemein Schichtsilikate verstanden, die in Wasser quellbar sind. Es handelt sich hierbei vor allem um das Tonmineral Montmorillonit sowie ähnliche Tonminerale wie Non-
25 tronit, Hectorit, Saponit, Sauconit, Beidellit, Allevaridit, Illit, Halloysit, Attapulgit und Sepiolit. Diese Schichtsilikate werden vorzugsweise vor ihrer Anwendung aktiviert, d.h. in eine in Wasser quellbare Form überführt, in dem man die Schichtsilikate mit einer wäßrigen Base wie wäßrigen Lösungen von Na-
30 tronlauge, Kalilauge, Soda oder Pottasche behandelt. Vorzugsweise verwendet man als anorganische Komponente des Mikropartikelsystems Bentonit in der mit Natronlauge behandelten Form. Der Plättchendurchmesser des in Wasser dispergierten Bentonits beträgt in der mit Natronlauge behandelten Form beispielsweise 1
35 bis 2 µm, die Dicke der Plättchen liegt bei etwa 1nm. Je nach Typ und Aktivierung hat der Bentonit eine spezifische Oberfläche von 60 bis 800 m²/g. Typische Bentonite werden z.B. in der EP-B-0235893 beschrieben. Im Papierherstellungsprozess wird Bentonit zu der Cellulosesuspension typischerweise in Form einer
40 wässrigen Bentonitslurry zugesetzt. Diese Bentonitslurry kann bis zu 10 Gew.-% Bentonit enthalten. Normalerweise enthalten die Slurries ca. 3 - 5 Gew.-% Bentonit.

Als kolloidale Kieselsäure können Produkte aus der Gruppe von Si-
45 liciumbasierenden Partikel, Silica-Microgele, Silica-Sole, Aluminiumsilicate, Borosilikate, Polyborosilikate oder Zeolite eingesetzt werden. Diese haben eine spezifische Oberfläche von

6

50 - 1000 m²/g und eine durchschnittliche Teilchengrößenverteilung von 1 - 250 nm, normalerweise im Bereich 40 - 100 nm. Die Herstellung solcher Komponenten wird z.B. in EP-A-0041056, EP-A-0185068 und US-A-5176891 beschrieben.

5

Clay oder auch Kaolin ist ein wasserhaltiges Aluminiumsilikat mit plättchenförmiger Struktur. Die Kristalle haben eine Schichtstruktur und ein aspect ratio (Verhältnis Durchmesser zu Dicke) von bis zu 30:1. Die Teilchengröße liegt bei mindestens 50 %

10 kleiner 2 µm.

Als Carbonate, bevorzugt Calciumcarbonat, kann natürliche Calciumcarbonat (ground calcium carbonate, GCC) oder gefälltes Calciumcarbonat (precipitated calcium carbonate, PCC) eingesetzt werden. GCC wird durch Mahl- und Sichtprozesse unter Einsatz von Mahlhilfsmittel hergestellt. Es besitzt eine Teilchengröße von 40 - 95 % kleiner 2 µm, die spezifische Oberfläche liegt im Bereich von 6 - 13 m²/g. PCC wird durch Einleiten von Kohlendioxid in Calciumhydroxidlösung hergestellt. Die durchschnittliche

15 Teilchengröße liegt im Bereich von 0,03 - 0,6 µm, die spezifische Oberfläche kann stark durch den Wahl der Fällungsbedingungen beeinflusst werden. Sie liegt im Bereich von 6 - 13 m²/g.

Die anorganische Komponente des Mikropartikelsystems wird dem

25 Papierstoff in einer Menge von 0,01 bis 1,0 Gew.-%, vorzugsweise in einer Menge von 0,1 bis 0,5 Gew.-% zugesetzt.

Die Stoffdichte der Pulpe beträgt beispielsweise 1 bis 100 g/l, vorzugsweise 4 bis 30 g/l. Die wäßrige Faseraufschlammung wird

30 mindestens einer Scherstufe unterworfen. Sie durchläuft dabei mindestens eine Reinigungs-, Misch- und/oder Pumpstufe. Das Scheren der Pulpe kann beispielsweise in einem Pulper, Sieb oder in einem Refiner erfolgen. Nach der letzten Scherstufe und vor dem Stoffauflauf auf das Sieb dosiert man erfindungsgemäß das Mi-

35 kropartikelsystem. Besonders bevorzugt ist dabei eine Arbeitsweise, bei der man zuerst das kationische Polymer und anschließend die anorganische Komponente des Mikropartikelsystems zum Papierstoff dosiert, der zuvor geschert wurde. Man kann jedoch auch zunächst die anorganische Komponente des Mikropartikelsystems und danach das kationische Polymere dosieren oder dem

40 Papierstoff beide Komponenten gleichzeitig zugeben. Danach erfolgt die Entwässerung des Papierstoffs ohne weitere Einwirkung von Scherkräften auf einem Sieb unter Blattbildung. Die Papierblätter werden anschließend getrocknet.

45

7

Außer dem Mikropartikelsystem kann man dem Papierstoff die üblicherweise bei der Papierherstellung verwendeten Prozeßchemikalien in den üblichen Mengen zusetzen, z.B. Fixiermittel, Trocken- und Naßfestmittel, Masseleimungsmittel, Biozide und/oder 5 Farbstoffe.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren wird gegenüber den bekannten Verfahren eine Erhöhung der Retention von Fein- und Füllstoffen sowie von Prozeßchemikalien wie Stärke, Farbstoffen und Naßfest- 10 mitteln, und eine Verbesserung der Entwässerungsgeschwindigkeit erzielt, ohne die Formations- und Papiereigenschaften zu verschlechtern. Außerdem erreicht man eine deutliche Verbesserung der Faserrückgewinnung und damit eine Entlastung der Kläranlage.

15 Die Prozentangaben in den Beispielen bedeuten Gewichtsprozent, sofern aus dem Zusammenhang nichts anderes hervorgeht.

Die First Pass Retention (FP-Retention) wurde durch Bestimmung des Verhältnisses des Feststoffgehaltes im Siebwasser zum Fest- 20 stoffgehalt im Stoffauflauf ermittelt. Die Angabe erfolgt in Prozent.

Die FPA-Retention (First-Pass-Asche-Retention) wurde analog zur FP-Retention bestimmt, jedoch wurde nur der Ascheanteil berück- 25 sichtigt.

Beispiel 1

Ein Papierstoff aus einem holzfreien, gebleichten Zellstoff mit 30 einer Stoffdicke von 7 g/l und einem Füllstoffanteil von 30% Calciumcarbonat wurde auf einer Fourdriniermaschine mit Hybridformer zu einem Papier mit Schreib- und Druckqualität verarbeitet. Folgende Anordnung von Misch- und Schereinrichtungen wurde verwendet: Mischbütte, Verdünnung auf 7 g/l, Mischpumpe, Cleaner, 35 Stoffauflaufpumpe, Screen und Stoffauflauf. Pro Stunde wurden 32 t Papier hergestellt.

Nach dem Screen (letzte Scherstufe vor dem Stoffauflauf) dosierte man zunächst 270 g/t eines handelsüblichen hochmolekularen, kat- 40 ionischen Polyacrylamids (Polymin PR 8140, mittlere Molmasse Mw 7 Millionen) und danach 2500 g/t Bentonit. Die FP-Retention betrug 81,5%, die FPA-Retention) 60,2%.

Vergleichsbeispiel 1

Das Beispiel wurde mit den Ausnahmen wiederholt, daß man 410 g/t des kationischen Polyacrylamids vor Screen und Pumpe und 3000 g/t Bentonit nach Screen vor dem Stoffauflauf dosierte. Diese Mengen waren erforderlich, um eine gleich gute Formation wie im Beispiel zu erzielen. Die FP-Retention betrug hierbei 79,9%, die FPA-Retention 59,1%.

- 10 Wie ein Vergleich der Ergebnisse des Beispiels mit den Ergebnissen des Vergleichsbeispiels zeigt, betrug die Einsparung an Polymer 30% und die Einsparung an Bentonit 17%. Bei gleich guter Formation konnte bei dem Beispiel gemäß Erfindung eine Verbesserung der Retention erzielt werden. Die Verbesserung bei der Siebent-
- 15 wässerung betrug ca. 10%.

Beispiel 2

- Ein holzhaltiger Papierstoff aus Holzschliff und Zellstoff mit einer Stoffdichte von 7 g/l und einem Füllstoffanteil von 30% einer Mischung aus Clay und Calciumcarbonat (1:1) wurde auf Papiermaschine mit einem Gap-Former zu einem Papier mit LWC-Qualität verarbeitet. Folgende Anordnung von Misch- und Schereinrichtungen wurde verwendet: Mischbütte, Verdünnung, Deculator, Pumpe, Screen, Stoffauflauf. Pro Stunde wurden 30 t Papier hergestellt.

- Nach dem Screen (letzte Scherstufe vor dem Stoffauflauf) dosierte man zunächst 200 g/t eines handelsüblichen hochmolekularen kationischen Polyacrylamids (Polymin KP 2520, mittlere Molmasse Mw 5 Millionen) und danach 1400 g/l Bentonit. Die FP-Retention betrug 69%, die FPA-Retention 40%.

Vergleichsbeispiel 2

- 35 Das Beispiel 2 wurde mit den Ausnahmen wiederholt, dass man 280 g/t des kationischen Polyacrylamids vor der Pumpe und dem Screen und 1400 g/t Bentonit nach dem Screen vor dem Stoffauflauf dosierte. Diese Menge war erforderlich, um eine gleich gute Retention zu erzielen. Die FP-Retention betrug hierbei 69%, die
- 40 FPA-Retention 40%.

- Wie ein Vergleich der Ergebnisse des Beispiels 2 mit den Ergebnissen des Vergleichsbeispiels 2 zeigt, betrug die Einsparung an Polymer ca. 30%. Obwohl im Beispiel 2 eine geringere Menge an Retentionsmittel als im Vergleichsbeispiel 2 eingesetzt wurde, konnte im Beispiel 2 eine gleich gute Formation und Papiereigenschaften erzielt werden.

Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton

Zusammenfassung

5

Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton durch Scheren des Papierstoffs, Zugabe eines Mikropartikelsystems aus einem kationischen Polymeren und einer feinteiligen anorganischen Komponente zum Papierstoff nach der letzten Scherstufe vor dem

- 10 Stoffauflauf, Entwässern des Papierstoffs unter Blattbildung und Trocknen der Blätter, wobei man als kationische Polymere des Mikropartikelsystems kationische Polyacrylamide, Vinylamineinheiten enthaltende Polymere und/oder Polydiallyldimethylammoniumchlorid mit einer mittleren Molmasse M_w von jeweils mindestens 500 000
- 15 Dalton und einer Ladungsdichte von jeweils höchstens 4,0 meq./g einsetzt.

20

25

30

35

40

45

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.